

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-316671

(43)Date of publication of application : 02.12.1998

(51)Int.Cl.

C07D311/40

(21)Application number : 09-142918

(71)Applicant : KIKKOMAN CORP

(22)Date of filing : 19.05.1997

(72)Inventor : OBATA AKIO

TOBE KOUICHIROU

IZUMI TORU

YAMATSUGU NOBUYUKI

## (54) PRODUCTION OF ISOFLAVONE COMPOUND

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To efficiently obtain the subject compound by adding an alkaline water to an alcohol extract of soybeans and mixing the alkaline water with the extract to readily separate an oil layer, separating the oil layer and a water layer, and acidifying the fractionated water layer.

SOLUTION: Soybeans such as the whole soybean, the soybean after peeling the coat, and embryo of the soybean are extracted with a (moisture) alcohol. Further, the alcohol is removed from the extract to concentrate the extract. An alkaline water is added to and mixed with the obtained and concentrated extract to regulate the concentrated extract so as to be pH · 9. The mixture is allowed to leave (preferably with salts such as a common salt added thereto) to separate the mixture into an oil layer and an alkaline water layer, and the alkaline water layer is fractionated. The fractionated alkaline water is regulated so as to be pH · 5, for example, by the addition of an acidic solution thereto, to precipitate an isoflavone compound. The precipitated isoflavone compound is recovered and dried to provide the objective isoflavone compound in the method for producing the isoflavone compound. By this method, the isoflavone compound having anticholesterol activities, etc., is efficiently produced by a simple operation without using a column, etc.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-316671

(43) 公開日 平成10年(1998)12月2日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 7 D 311/40

C 0 7 D 311/40

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平9-142918

(22) 出願日 平成9年(1997)5月19日

(71) 出願人 000004477

キッコーマン株式会社  
千葉県野田市野田339番地

(72) 発明者 小幡 明雄

千葉県野田市野田339番地 キッコーマン  
株式会社内

(72) 発明者 戸邊 光一朗

千葉県野田市野田339番地 キッコーマン  
株式会社内

(72) 発明者 和泉 亨

千葉県野田市野田339番地 キッコーマン  
株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 イソフラボン化合物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 大豆類からイソフラボン化合物を効率よく製造すること。

【解決手段】 大豆類のアルコール抽出物にアルカリ水を添加、混合し、生じるアルカリ水層を酸性としてイソフラボン化合物を沈殿させ回収する。

**【特許請求の範囲】**

**【請求項1】** 下記の各工程からなるイソフラボン化合物の製造方法。

(1) 大豆類をアルコール又は含水アルコールで抽出する工程。

(2) 抽出液からアルコールを除去、濃縮する工程。

(3) 濃縮物にpH 9以上になるようにアルカリ水を添加混合する工程。

(4) アルカリ水層を分取しpH 5以下に調整してイソフラボン化合物を沈殿させる工程。

(5) 沈殿物を回収し乾燥させる工程。

**【請求項2】** 下記の各工程からなるイソフラボン化合物の製造方法。

(1) 大豆類をアルコール又は含水アルコールで抽出する工程。

(2) 抽出液からアルコールを除去、濃縮する工程。

(3) 濃縮物にpH 9以上になるようにアルカリ水を添加混合する工程。

(4) 混合液に塩類を添加する工程。

(5) アルカリ水層を分取しpH 5以下に調整してイソフラボン化合物を沈殿させる工程。

(6) 沈殿物を回収し乾燥させる工程。

**【請求項3】** 大豆類が丸大豆、脱皮大豆、脱脂大豆、大豆胚芽から選ばれた少なくとも1種である請求項1又は請求項2のイソフラボン化合物の製造法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

**【発明の属する技術分野】** 本発明は大豆類を原料とし、大豆に由来するイソフラボン化合物、特にイソフラボンの配糖体を製造する方法に関する。

**【0002】**

**【従来の技術及び課題】** マロニルダイジン、マロニルグリシチン、マロニルゲニスチン、ダイジン、グリシチン、ゲニスチン、ダイゼイン、グリシテイン、ゲニステイン等のイソフラボン化合物は、エストロゲン作用、抗酸化、抗菌作用、抗脂血、抗コレステロール作用等のあることが知られており、また最近ではガン細胞の分化誘導作用、ガン遺伝子阻害作用等、制ガン効果も確認され、その有用性が注目されている。これらイソフラボン化合物は各種植物体中に存在し、特に大豆中には多量に含まれている。

**【0003】** 大豆からイソフラボン化合物を得る方法としては、例えば特開昭62-126186号公報記載の方法が挙げられるが、これは樹脂を使用するため大変煩雑であり、時間的、経済的コストが高いという問題がある。そのため、樹脂を使わずにマロニルイソフラボン化合物を精製、分離する方法も提案されている（特開平3-170495）。しかし、これは水不混和性有機溶剤を使用するため食品への使用には向かない欠点があった。また大豆をアルコール等の有機溶剤で抽出する場合、大豆中の油も

同時に抽出され、後の分離工程に支障を来すという問題があった。

**【0004】** 本発明者等は大豆類からのイソフラボン化合物の製造法について検討を重ねたところ、大豆類のアルコール抽出物にアルカリ水を添加、混合することにより、油層と水層に分離し油の分離が容易であること、イソフラボン化合物がアルカリ水層に溶解し、これを酸性にすることによりイソフラボン化合物が沈殿するという知見を得た。

**【0005】** 本発明はこの知見に基づき完成したものであって、大豆類のアルコール抽出物にアルカリ水を添加、混合し、分取したアルカリ水層を酸性としてイソフラボン化合物を沈殿させ、これを回収することを特徴とするイソフラボン化合物の製造法である。

**【0006】**

**【課題を解決するための手段】** 以下本発明を具体的に説明する。本発明の原料である大豆類は丸大豆、脱皮大豆、大豆胚芽、脱脂大豆等であり、これらの原料からイソフラボン化合物を抽出するのである。

**【0007】** 例えば丸大豆の微粉碎物に2～20倍量の10～100%のアルコール又は含水アルコールで抽出し、それを濃縮しアルコールを除去する。なお、アルコール抽出は1回目の抽出液をさらに2回目の抽出に用いれば、少ない溶媒量で抽出が済み、さらに効率をあげるには加温したり、攪拌する。連続的な向流抽出装置などを用いれば好ましい。なお、ここで用いられるアルコールはメタノール、エタノール等でありこれらは回収、精製して繰り返し利用できる。

**【0008】** この濃縮液にpH 9以上、好ましくはpH 9～12になるようにアルカリ水を添加、混合する。ここで使用されるアルカリ水は、アンモニア水、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムなどが食品用途の場合好んで用いられるが、特に限定されるものではない。この混合液を放置することによって油層と水層の2層に分離するが、この際に塩類を添加することにより、油層とアルカリ水層の分離が促進される。ここで使用される塩類は食品に利用可能であるものが好ましく、例えば、食塩、塩化カリウム、硫酸ナトリウム、塩化マグネシウムなどが挙げられる。またこの2層分離を良くするために、加温したり、アルコール、市販の分離促進剤などを加えても良い。更に、生産用連続遠心機（日立工機製himac CC17など）を用いることにより、短時間に分離させることができる。このように2層に分離させたのちアルカリ水層を分取し、これを酸沈殿工程に供する。

**【0009】** このようにして得られたイソフラボン化合物を多く含むアルカリ水層に酸溶液を加えてpH 5以下、好ましくはpH 3～5に調整し、イソフラボン化合物を主体とした沈殿物を生成させる。ここで使用される酸溶液は塩酸、酢酸、リン酸、コハク酸、クエン酸、な

どが食品用途の場合好んで用いられるが、特に限定されるものではない。この沈殿物は再度水洗することにより、脱色し、純度も向上させることができる。得られた沈殿物は凍結乾燥、真空乾燥等、常法により乾燥させイソフラボン化合物粉末を得ることができる。

【0010】得られたイソフラボン化合物粉末を高速液体クロマトグラフィー（ウォーターズ社製）で分析したところ、ダイジン、グリシチン、ゲニスチンが主体であり、マロニルダイジン、マロニルグリシチン、マロニルゲニスチンは少量しか含まれていなかった。これは大豆中のマロニルダイジン、マロニルグリシチン、マロニルゲニスチンがアルカリ水混合時にマロニル基が切断され、ダイジン、グリシチン、ゲニスチンに変換されたためであると考えられる。

#### 【0011】

【発明の効果】本発明によれば、カラム等を使用することなく簡単な操作で、イソフラボン化合物を効率よく製造することができるのである。

#### 【0012】

【実施例】以下に実施例を示す。

##### 実施例1

微粉碎した大豆20kgを90%エチルアルコール200Lで、50℃で2時間攪拌抽出して得られた抽出液180Lをエバポレーターで減圧下、アルコールを除去し濃縮物を2.5kg得た。これに0.04Mの水酸化ナトリウム溶液約10L添加して、pHを10に調整し、さらに、食塩を500g添加、溶解し、円筒形タンク内に1晩放置し油層とアルカリ水層に分離した。下層のアルカリ水層を分取し、濃塩酸にてpH4に調整してイソフラボン化合物を多く含む黄白色の沈殿物を生成させた。これを再度蒸留水に懸濁し、pH4に調整して洗浄した。これをフィルターで濾過して沈殿物を回収し、凍結乾燥してイソフラボン化合物含有粉末70g得た。この

一部をHPLCで調べたところイソフラボンの含有率は30%以上であった。

#### 【0013】実施例2

微粉碎した大豆胚芽2kgを90%エチルアルコール200Lで、室温で2時間攪拌抽出して得られた抽出液18Lをエバポレーターで減圧下、アルコールを除去し濃縮物を300g得た。これに0.04Mの水酸化ナトリウム溶液約1L添加して、pHを10に調整し、さらに、エチルアルコール100mlと食塩を50gを添加、溶解し、円筒形タンク内に1晩放置し油層とアルカリ水層に分離した。下層のアルカリ水層を分取し、濃塩酸にてpH4に調整してイソフラボン化合物を多く含む黄白色の沈殿物を生成させた。これを再度蒸留水に懸濁し、pH4に調整して洗浄した。これをフィルターで濾過して沈殿物を回収し、凍結乾燥してイソフラボン化合物含有粉末50g得た。この一部をHPLCで調べたところイソフラボンの含有率は30%以上であった。

#### 【0014】実施例3

醤油原料に用いられる脱脂大豆2kgを微粉碎し、これを90%エチルアルコール200Lで、室温で2時間攪拌抽出して得られた抽出液18Lをエバポレーターで減圧下、アルコールを除去し濃縮物を200g得た。これに0.04Mの水酸化ナトリウム溶液約1L添加して、pHを10に調整し、さらに食塩を50gを添加、混合した。この混合液を遠心分離機（日立工機製himac SCR20B）を用い、40℃で8000rpm、20分の遠心分離を行い下層のアルカリ水層を分取し、濃塩酸にてpH4に調整してイソフラボン化合物を多く含む黄白色の沈殿物を生成させた。これを再度蒸留水に懸濁し、pH4に調整して洗浄した。これをフィルターで濾過して沈殿物を回収し、凍結乾燥してイソフラボン化合物含有粉末8g得た。この一部をHPLCで調べたところイソフラボンの含有率は30%以上であった。

---

フロントページの続き

(72)発明者 山次 信幸

千葉県野田市野田339番地 キッコーマン  
株式会社内